

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-106711

(43)Date of publication of application : 17.04.2001

(51)Int.Cl.

C08F 2/44  
C08F 20/22  
D06M 15/277  
// C08L 33:14

(21)Application number : 2000-120566

(71)Applicant : NIPPON MEKTRON LTD

(22)Date of filing : 21.04.2000

(72)Inventor : SAITO CHIAKI

(30)Priority

Priority number : 11219528 Priority date : 03.08.1999 Priority country : JP

## (54) PRODUCTION OF STAIN-PROOFING AGENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a stain-proofing agent which has not only a high flash point but also excellent freezing stability and excellent constant temperature stability.

SOLUTION: This method for producing a stain-proofing agent comprises copolymerizing a fluoroalkyl group-containing monomer with a hydrophilic group-containing monomer in polypropylene glycol having an average mol.wt. of about  $\leq 1,000$  or its mixture with a water-soluble organic solvent having a boiling point of  $\geq 150^{\circ}\text{C}$  or a flash point of  $> 61^{\circ}\text{C}$ .

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

BEST AVAILABLE COPY

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-106711

(P2001-106711A)

(43) 公開日 平成13年4月17日 (2001. 4. 17)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
C 0 8 F 2/44		C 0 8 F 2/44	C 4 J 0 1 1
20/22		20/22	4 J 1 0 0
D 0 6 M 15/277		D 0 6 M 15/277	4 L 0 3 3
// C 0 8 L 33:14		C 0 8 L 33:14	

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2000-120566(P2000-120566)	(71) 出願人	000230249 日本メクトロン株式会社 東京都港区芝大門1丁目12番15号
(22) 出願日	平成12年4月21日 (2000. 4. 21)	(72) 発明者	斎藤 千晶 福島県いわき市勿来町四沢瀬見台48-1
(31) 優先権主張番号	特願平11-219528	(74) 代理人	100066005 弁理士 吉田 俊夫 (外1名)
(32) 優先日	平成11年8月3日 (1999. 8. 3)		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 防汚加工剤の製造法

(57) 【要約】

【課題】 高引火点を有するばかりではなく、凍結安定性および恒温安定性にもすぐれている防汚加工剤の製造法を提供する。

【解決手段】 平均分子量が約1000以下のポリプロピレングリコールまたはそれと沸点150℃以上または引火点が61℃を超える水溶性有機溶媒との混合物中で、フルオロアルキル基含有単量体と親水性基含有単量体とを共重合させ、防汚加工剤を製造する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均分子量が約1000以下のポリプロピレングリコール中で、フルオロアルキル基含有単量体と親水性基含有単量体とを共重合させることを特徴とする防汚加工剤の製造法。

【請求項2】 沸点150℃以上または引火点が61℃を超える水溶性有機溶媒がポリプロピレングリコールと併用される請求項1記載の防汚加工剤の製造法。

【請求項3】 請求項1または2記載の方法で製造された防汚加工剤の水性分散液。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、防汚加工剤の製造法に関する。更に詳しくは、高引火点を有しかつ凍結安定性などにすぐれた防汚加工剤の製造法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】布帛の防汚加工方法として、親水性を付与する加工、フッ素系樹脂、シリコーン樹脂または油脂等による加工が行われている。これらの加工方法の中、フッ素系樹脂による加工は、フッ素の撥水撥油性能による防汚や親水性基と組合せることによって発現するフィリップ・フロップ機構を利用したものが主であり、その性能や加工のし易さから、現在最も多く普及している。

【0003】このようなフッ素系樹脂による加工は、主にフルオロアルキル基含有(メタ)アクリル酸エステルと親水性基含有(メタ)アクリル酸エステルとの共重合体を用いることによって行われており(例えば、特公昭52-35033号公報、同63-474号公報、米国特許第3,574,791号明細書など)、共重合体の製造は一般に溶液重合法によって行われている。

【0004】この場合、フルオロアルキル基含有単量体と親水性基含有単量体という相反する性質を有するもの同士の共重合反応であるため、双方にとって良溶媒であるものを選択して、溶液重合反応が行われなければならず、実際にはエタノール、イソプロパノール等のアルコール、アセトン、メチルイソブチルケトン等のケトンの如き引火点の低い溶媒またはこれらと水との混合物が用いられることが多い(特公昭53-134786号公報)。

【0005】溶液重合法にあっては、ホモジナイザ等による前乳化の必要もなく、重合操作は煩雑ではないが、溶媒の引火などの危険性やエコロジーの点から高引火点タイプのものが望まれている。高引火点の溶媒を用いれば、その一方の問題は容易に解決されるものの、かかる溶媒を用いての重合反応はコスト高となるばかりではなく、重合反応液を水希釈する際に分散が不良であったり、安定性が悪いという問題がみられる。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、高引火点を有するばかりではなく、凍結安定性および恒温安定性(室温より高めの約40~45℃での保存安定性)にも

すぐれている防汚加工剤の製造法を提供することにある。

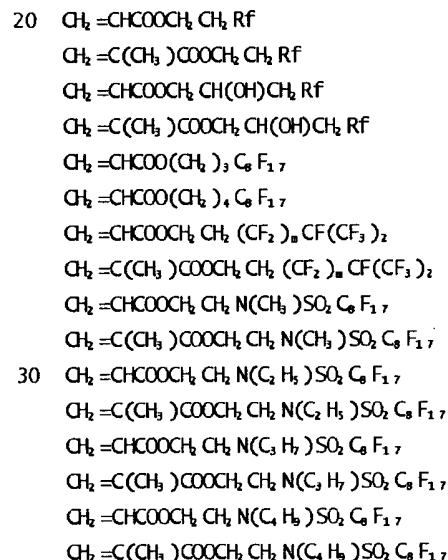
## 【0007】

【課題を解決するための手段】かかる本発明の目的は、平均分子量が約1000以下のポリプロピレングリコールまたはそれと沸点150℃以上または引火点が61℃を超える水溶性有機溶媒との混合物中で、フルオロアルキル基含有単量体と親水性基含有単量体とを共重合させ、防汚加工剤を製造することによって達成される。

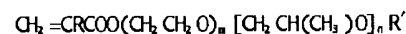
## 10 【0008】

【発明の実施の形態】フルオロアルキル基含有単量体としては、一般にフルオロアルキル基含有(メタ)アクリル酸エステルが用いられ、フルオロアルキル基としては、好ましくはパーフルオロアルキル基  $Rf-$  [ここで、 $Rf$ は炭素数が6,8,10,12またはそれらの混合物である]であるものが用いられる。なお、 $m$ は4,6,8,10,12またはそれらの混合物である。

【0009】具体的には、次のような化合物を例示することができる。



【0010】また、親水性基含有単量体としては、一般に親水性基含有(メタ)アクリル酸エステルが用いられ、好ましくは一般式



40  $R$ : 水素原子またはメチル基

$R'$ : 水素原子または低級アルキル基

$m$ : 1以上の整数

$n$ : 0または1以上の整数

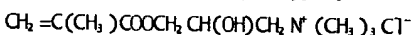
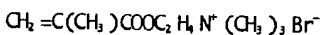
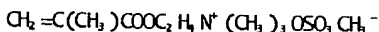
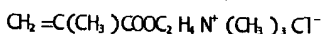
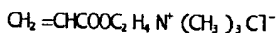
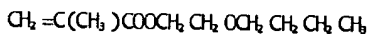
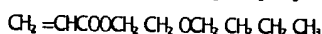
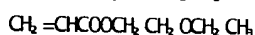
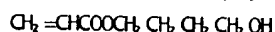
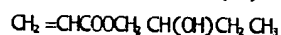
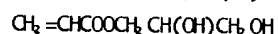
$m+n$ : 1~60

で表わされるものが用いられる。

【0011】フルオロアルキル基含有単量体と親水性基含有単量体とは、生成共重合体中前者が約30~80重量%、好ましくは約30~60重量%を、また後者が約70~20重量%、好ましくは約70~40重量%をそれぞれ占めるような割合で共重合せしめる。これらの共重合割合の範囲は、

親油性と親水性とのバランスを考慮して決定されたものである。

【0012】以上の各単量体に加えて、共重合体の改質や繊維との密着性の改善を図るため、用いられる単量体の総量中約30重量%以下の割合で、他のビニル単量体を共重合させることもできる。かかるビニル単量体としては、フッ素以外の疎水性基を有する(メタ)アクリル酸エステル、前記親水性基含有単量体よりも分子量の小さい親水性基含有(メタ)アクリル酸エステル、カチオン性またはアニオン性を有する(メタ)アクリル酸エステル等が挙げられ、具体的には次のような化合物が例示される。



【0013】また、ベンジル（メタ）アクリレート、シクロヘキシル（メタ）アクリレート、メチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレート、プロピル（メタ）アクリレート、ブチル（メタ）アクリレート、ヘキシル（メタ）アクリレート、ラウリル（メタ）アクリレート、ステアリル（メタ）アクリレート、アクリロニトリル、アクリルアミド、酢酸ビニル、スチレン、クロロスチレン、クロロブチルビニルエーテル、クロロプロピルビニルエーテル、クロロエチルビニルエーテル、クロロメチルビニルエーテル、N-メチロール（メタ）アクリルアミド、N-メチロールアクリルアミドブチルエーテル、N-メチロール（メタ）アクリルアミドメチルエーテル等のビニル化合物も、同様に用いることができる。

【0014】以上の各単量体は、平均分子量が約1000以下であって水溶性のジオールタイプまたはトリオールタイプのポリプロピレングリコール中で溶液重合される。ポリプロピレングリコールは、単量体総重量に対して約 50

1~10倍量、好ましくは約1.5~6倍量用いられる。

【0015】ポリプロピレングリコールと共に、沸点150℃以上または引火点が61℃を超える水溶性有機溶媒を併用することもできる。この場合、単量体総重量に対してポリプロピレングリコールは約0.1~2倍量の割合で、また水溶性有機溶媒は約3倍量以下の割合でそれぞれ用いられる。

【0016】かかる水溶性有機溶媒としては、例えばエチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノプロピルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノプロピルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、ジプロピレングリコールモノプロピルエーテル等のグリコールエーテル類またはそれらのアセテート等や、低毒性で極性が大きく殆どの有機溶媒に溶解するN,N-ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド、N,N-ジメチルホルムアミド、N-メチル-2-ピロリドンが挙げられる。

【0017】このような溶媒を用いての共重合反応は、一般に行われているような溶液重合法によって行われる。

【0018】溶液重合法によって得られた防汚加工剤は、そこに水を加えて水性分散液として用いられる。このとき、水性分散液中のポリプロピレングリコールと共重合体との合計量(以下、実測固形分という)が約20重量%以上、好ましくは約20~40重量%であることが望ましい。この値が約20重量%以下であると、安定性が低下する場合がある。

【0019】実際の防汚加工に際しては、この水性分散液を更に水で希釈し、希釈水性分散液中の共重合体濃度(共重合反応に供された単量体量から算出される)が約0.3~7重量%、好ましくは約0.5~5重量%になるように調整した上で用いられ、処理される布帛に防汚性や汚れ落し性を付与する。

【0020】その際、防汚加工剤と共に、一般に繊維加工に用いられているメラミン樹脂、グリオキザール樹脂、トリアジン系樹脂、ウロン系樹脂、エチレン尿素系樹脂、プロピレン尿素系樹脂等の繊維加工剤を併用すると、耐久性などの一層の向上が図られる。好ましくは、希釈水性分散液中約1~10重量%の濃度のグリオキザール樹脂や約0.5~1重量%のメラミン樹脂が、これらの硬化触媒と共に用いられる。

【0021】防汚加工は、パッド法、浸染法、噴霧法、塗布法等の布帛に浸透可能な任意の方法で行われる。例えば、綿布に適用されるパッド法であれば、ビッカアップ率約70～100%でパディングし、次いで約70～160℃で約1～3分間乾燥させた後、用いられた乾燥温度以上の温度である約130～180℃で約1.5～2分間程度キュアリング

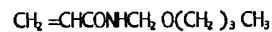
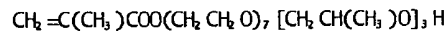
処理することによって行われる。綿布以外の布帛にあっては、その種類に応じた各種条件が採用される。

#### 【0022】

【発明の効果】本発明に係る防汚加工剤は、高引火点を有する。また、水性分散液として調製されたものは、高引火点であることに加えて、凍結安定性、恒温安定性などにすぐれている。特に、ポリエステル、ポリアミド（ナイロン）等の合成繊維に対しては、防汚性能、汚れ除去性、再汚染防止性能、洗濯耐久性などの点での高い\*



(Rfは炭素数6,8,10,12の混合物で平均が9のパーフルオロアルキル基)



n-ドデシルメルカプタン

ポリプロピレングリコール(平均分子量約400)

を仕込み、フラスコ中を窒素ガス置換した後、

アゾビスイソブチロニトリル

\*レベルが発揮されている。このような特徴を有する本発明の防汚加工剤は、従来の低引火点溶媒を用いて重合させた防汚加工剤と比較して、防汚加工性の点ですぐれているばかりではなく、安全面でもすぐれているので保管などの取扱いの点が容易となる効果を奏する。

#### 【0023】

【実施例】次に、実施例について本発明を説明する。

#### 【0024】実施例1

容量300mlのセバラブルフラスコに、

30g

30g

3g

3g

1g

130g

2.5g

を加えて、65℃で20時間共重合反応を行った。実測固形分(100℃のオープン中で15時間乾燥させて測定)96.98%を含む防汚加工剤が、白色の溶液として得られた。

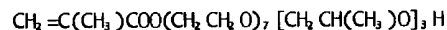
#### 【0025】実施例2

実施例1において、ポリプロピレングリコール(平均分子量約400)量を55g変更し、ポリプロピレングリコール(平均分子量約700)55gおよびジプロピレングリコールモノメチルエーテル20gが更に追加して用いられた。実測固形分87.02%を含む防汚加工剤が、乳白色の溶液として用いられた。

※



(Rfは炭素数6,8,10,12の混合物で平均が9のパーフルオロアルキル基)



n-ドデシルメルカプタン

ポリプロピレングリコール(平均分子量約400)

ジプロピレングリコールモノメチルエーテル

を仕込み、フラスコ中を窒素ガスで置換した後、

アゾビスイソブチロニトリル

35g

11g

7g

3g

2g

2g

2g

1.5g

50g

80g

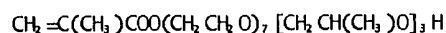
3g

を加えて、65℃で20時間共重合反応を行った。実測固形分57.41%を含む防汚加工剤が、乳白色の溶液として得られた。

★



(Rfは炭素数6,8,10,12の混合物で平均が9のパーフルオロアルキル基)



35g

11g

#### ★【0028】実施例5

容量500mlのセバラブルフラスコに、

7

$\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)\text{COO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_4\text{CH}_3$   
 $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)\text{COOCH}_2(\text{CH}_2)_8\text{CH}_3$   
 $\text{CH}_2=\text{CHCOOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$   
 n-ドデシルメルカプタン  
 ポリプロピレングリコール(平均分子量約400)  
 N-メチル-2-ピロリドン

を仕込み、フラスコ中を窒素ガスで置換した後、

アゾビスジメチルバレロニトリル

8

12q  
 2q  
 2q  
 1.5q  
 50q  
 80q

3q

を加えて、65°Cで4時間共重合反応を行った。その後、水150qを添加し、実測固形分32.50%を含む防汚加工剤が、半透明の溶液として得られた。

#### 【0029】比較例1

実施例1において、ポリプロピレングリコール130qの代わりに、エタノール100qが用いられた。実測固形分37.46%を含む溶液が得られたが、これは粘度が高く、泡立ちの多いものであった。

#### 【0030】比較例2

実施例1において、ポリプロピレングリコール130qの代わりに、アセトン100qが用いられた。実測固形分37.95%を含む防汚加工剤が、透明な液体として得られた。

#### 【0031】比較例3

実施例1において、ポリプロピレングリコール130qが用

\* いられず、いずれも非イオン系界面活性剤であるエマルゲン950(花王製品)0.76qおよびエマルゲン930(花王製品)0.84q、アセトン30.15q、水121.67qが用いられた。また、重合開始剤としては、アゾビスイソブチロニトリル2.5qの代わりに、アゾビスイソブチロアミジン・2塩酸塩1.2qが用いられた。重合反応物は、ゲル化してしまった。

【0032】以上の実施例1~4および比較例1~2でそれぞれ得られた防汚加工剤または溶液について、計算上の共重合体濃度がいずれも17.5重量%になるように水で希釈して、水性分散液を調製した。比較例1の場合には、共重合体が分層して沈殿を生じたが、他の例では沈殿や分層などが認められなかった。

表1

例	水性分散液	実測固形分(%)
実施例1	白色	51.50
" 2	白色	46.10
" 3	透明	25.30
" 4	乳白色	30.38
" 5	半透明	30.60
比較例2	半透明	17.70

#### 【0033】[実施例3、比較例2で得られた水性分散液の安定性]

恒温安定性試験：45°Cのインキュベータに入れ、30日後の変化を目視で観察したが、いずれも変化はみられなかった

凍結安定性試験：-15°Cの冷凍庫に24時間入れて凍結させた後、室温で融解させ、溶液の変化を目視で観察したが、実施例3のものは凍結-融解のサイクルで2サイクル共変化なかったが、比較例2のものは1サイクル目で沈殿を生じた

希釈安定性試験：水性分散液を更に10倍または20倍に水で希釈した希釈液を、室温条件下に7日間放置し、沈殿の有無や状態の変化を目視で観察したが、10倍または20倍の希釈でいずれも変化はみられなかった。

【0034】[実施例3、比較例2で得られた水性分散液の引火点測定]タグ密閉式で、実施例3のものは93°Cで火が消えたため引火点なしと判断したが、比較例2のものは30°C以下であった

#### 【0035】[防汚性、汚れ除去性試験]

布処理液の調製：前記表1の実施例1~4および比較例2の

水性分散液10重量部に、メラミン樹脂(住友化学製品スミテックスレジンM-3)0.7重量部、メラミン樹脂用触媒(同社製品スミテックス・アクセレレータACX)0.3重量部および水89重量部よりなる希釈水性分散液を布処理液として調製したまた、比較例2の共重合物4.67重量部、ポリプロピレングリコール(平均分子量約400)7.8重量部、メラミン樹脂(M-3)0.7重量部、メラミン樹脂用触媒(ACX)0.3重量部および水81.2重量部から調製した布処理液を、比較例4とした

40 布処理：上記布処理液中にT/Cブロード、ポリエステルジャージまたはポリエステルアムゼンの25×25cm布を浸漬し、マングルで絞って布帛重量に対して75重量%の処理液を付着させた後、T/Cブロードは110°Cで2分間乾燥した後170°Cで1分間キュアリングし、またポリエステル系の布は110°Cで2分間乾燥した後150°Cで0.5分間キュアリングを行った

試験：ダーティモータオイル(400Gkm走行)を処理布帛に1滴滴下し、7q/cm<sup>2</sup>の荷重をかけた後、後記[洗濯1]の方法によって洗濯を行ない、下記判定基準に従って判定した。

- 判定1 著しくシミが残っている  
 # 2 相当にシミが残っている  
 # 3 わずかにシミが残っている  
 # 4 シミが目立たない  
 # 5 シミが残らない

【0036】洗濯耐久性試験処理布帛について、[洗濯2]または[洗濯3]の方法で洗濯を行った後、上記[防汚性、汚れ除去性試験]を行った

[洗濯1]: 洗濯用洗剤(花王製品コンパクトアタック)の水溶液(濃度0.67g/L、温度40℃)30Lを用いて、洗濯機で15分間洗濯した後3分間脱水し、15分間のすすぎ、5分間\*

\*の脱水を行って、風乾または80℃のオープン中での5分間の乾燥を行なう

[洗濯2]: 洗濯用洗剤(コンパクトアタック)の水溶液(濃度0.67g/L、布と洗濯水との浴比1:30、温度40℃)20Lを用いて、洗濯機で50分間洗濯した後3分間脱水し、15分間のすすぎ、5分間の脱水を行って、風乾した

[洗濯3]: 上記[洗濯2]において、洗濯時間が100分間に変更された

【0037】以上の防汚性、汚れ除去性試験の結果は初期性能として、また洗濯耐久性試験の結果は[洗濯2]後、[洗濯3]後として、次の表2に示される。

表2

試験布	実-1	実-2	実-3	実-4	実-5	比-2	比-4
T/Cブロード							
初期性能	5	5	5	5	5	5	4
[洗濯2]後	4	4	4	5	4	4	4
[洗濯3]後	4	4	4	4	4	4	4
ポリエステルジャージ							
初期性能	5	5	5	5	5	3	4
[洗濯2]後	3	4	4	4	4	2	2
[洗濯3]後	3	3	3	4	3	1	2
ポリエステルアムゼン							
初期性能	5	5	5	5	5	4	5
[洗濯2]後	3	4	4	4	4	2	2
[洗濯3]後	3	3	3	4	3	1	2

【0038】以上の結果から、次のようなことがいえる。

(1)T/Cブロードでは大差がみられないが、ポリエステル系布では明らかに各実施例の方がすぐれている。

※

※(2)ポリプロピレングリコールを後から添加している比較例4では、ポリエステル系布でやや性能の向上が認められるものの、重合反応時にポリプロピレングリコールを添加した各実施例の方が明らかにすぐれている。

#### 【手続補正書】

【提出日】平成12年7月3日(2000.7.3)

#### 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0002

【補正方法】変更

【補正内容】

【0002】

【従来の技術】布帛の防汚加工方法として、親水性を付与する加工、フッ素系樹脂、シリコーン樹脂または油脂等による加工が行われている。これらの加工方法の中、フッ素系樹脂による加工は、フッ素の撥水撥油性能による防汚や親水性基と組合せることによって発現するフリップ・フロップ機構を利用したものが主であり、その性能や加工のし易さから、現在最も多く普及している。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

#### 【補正内容】

【0004】この場合、フルオロアルキル基含有単量体と親水性基含有単量体という相反する性質を有するもの同士の間で共重合反応であるため、双方にとって良溶媒であるものを選択して、溶液重合反応が行われなければならない、実際にはエタノール、イソプロパノール等のアルコール、アセトン、メチルイソブチルケトン等のケトンの如き引火点の低い溶媒またはこれらと水との混合物が用いられることが多い(特開昭53-134786号公報)。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正内容】

【0008】

【発明の実施の形態】フルオロアルキル基含有単量体としては、一般にフルオロアルキル基含有(メタ)アクリル酸エステルが用いられ、フルオロアルキル基としては、



好ましくはパーフルオロアルキル基 Rf- [ここで、Rfは炭素数が6,8,10,12またはそれらの混合物である]であるものが用いられる。

【手続補正4】

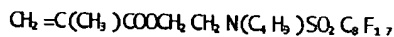
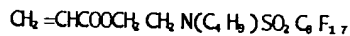
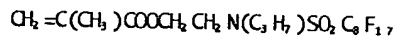
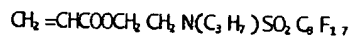
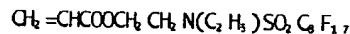
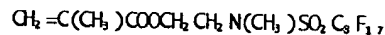
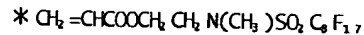
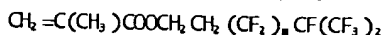
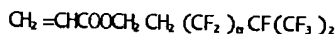
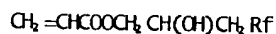
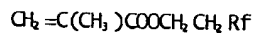
【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正内容】

【0009】 具体的には、次のような化合物を例示することができる。なお、mは4,6,8,10,12またはそれらの混合物である。



【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0032

【補正方法】変更

【補正内容】

【0032】 以上の実施例1~5および比較例1~2でそれぞれ得られた防汚加工剤または溶液について、計算上の共重合体濃度がいずれも17.5重量%になるように水で希釈して、水性分散液を調製した。比較例1の場合には、共重合体が分層して沈殿を生じたが、他の例では沈殿や分層などが認められなかった。

表1

例	水性分散液	実測固形分(%)
実施例1	白色	51.50
" 2	白色	46.10
" 3	透明	25.30
" 4	乳白色	30.38
" 5	半透明	30.60
比較例2	半透明	17.70

※ル系の布は110℃で2分間乾燥した後150℃で0.5分間キュアリングを行った

試験：ダーティモータオイル(4000km走行)を処理布帛に1滴下し、7g/cm<sup>2</sup>の荷重をかけた後、後記[洗濯1]の方法によって洗濯を行ない、下記判定基準に従って判定した。

判定1 著しくシミが残っている  
 " 2 相当にシミが残っている  
 " 3 わずかにシミが残っている  
 " 4 シミが目立たない  
 " 5 シミが残らない

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0037

【補正方法】変更

【補正内容】

【0037】 以上の防汚性、汚れ除去性試験の結果は初期性能として、また洗濯耐久性試験の結果は[洗濯2]後、[洗濯3]後として、次の表2にそれぞれ判定値として示される。

表2

試験布	実-1	実-2	実-3	実-4	実-5	比-2	比-4
-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0035

【補正方法】変更

【補正内容】

【0035】 [防汚性、汚れ除去性試験]

布処理液の調製：前記表1の実施例1~5および比較例2の水性分散液10重量部に、メラミン樹脂(住友化学製品スミテックスレジンM-3)0.7重量部、メラミン樹脂用触媒(同社製品スミテックス・アクセレレータACX)0.3重量部および水89重量部よりなる希釈水性分散液を布処理液として調製したまた、比較例2の共重合体4.67重量部、ポリプロピレングリコール(平均分子量約400)7.8重量部、メラミン樹脂(M-3)0.7重量部、メラミン樹脂用触媒(ACX)0.3重量部および水81.2重量部から調製した布処理液を、比較例4とした

布処理：上記布処理液中にT/Cブロード、ポリエステルジャージまたはポリエステルアムゼンの25×25cm布を浸漬し、マングルで絞って布帛重量に対して75重量%の処理液を付着させた後、T/Cブロードは110℃で2分間乾燥した後170℃で1分間キュアリングし、またポリエステル※

## T/Cブロード

初期性能	5	5	5	5	5	5	4
[洗濯2]後	4	4	4	5	4	4	4
[洗濯3]後	4	4	4	4	4	4	4

## ポリエステルジャージ

初期性能	5	5	5	5	5	3	4
[洗濯2]後	3	4	4	4	4	2	2
[洗濯3]後	3	3	3	4	3	1	2

## ポリエステルアムンゼン

初期性能	5	5	5	5	5	4	5
[洗濯2]後	3	4	4	4	4	2	2
[洗濯3]後	3	3	3	4	3	1	2

## フロントページの続き

F ターム(参考) 4J011 HA04 HB14 HB28 PA90 PB40

PC02 PC08

4J100 AB02R AB08R AE09R AG04R

AL03R AL04R AL05R AL08P

AL08Q AL08R AL09R AM02R

AM15R AM21R BA03P BA03Q

BA03R BA04R BA05R BA06R

BA09Q BA31P BA32R BA58P

BB01R BB18P BC04R BC43R

CA04 CA05 EA01 FA19 GC22

JA11

4L033 AC04 AC07 AC15 CA22

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record.**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**